

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-030008

(43)Date of publication of application : 02.02.1996

(51)Int.Cl. G03G 5/147
 G03G 5/147
 G03G 5/147
 G03G 15/02
 G03G 15/16

(21)Application number : 06-182993

(71)Applicant : FUJI XEROX CO LTD

(22)Date of filing : 13.07.1994

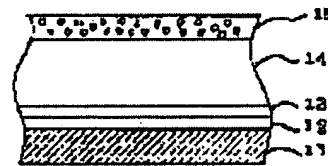
(72)Inventor : KIMURA TAKAAKI

(54) ELECTROPHOTOGRAPHIC PHOTORECEPTOR AND ELECTROPHOTOGRAPHIC METHOD USING THE SAME

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide an electrophotographic photoreceptor which has excellent wear resistance, surface staining resistance and lubricity and is low in residual potential and an electrophotographic method using the same.

CONSTITUTION: The protective layer 15 of the electrophotographic photoreceptor produced by successively forming photosensitive layers 13, 14 and a protective layer 15 on a conductive base body 11 includes a polyurethane resin brought into reaction by an acryl polyol and polyisocyanate as a binder resin and is formed by dispersing metal oxide powder and fluorine-contained resin powder into this binder resin. A copolymer contg. a hydroxyethyl methacrylate is preferably used as the acryl polyol. This electrophotographic photoreceptor is controlled to the low residual potential and is adequately used in an electrophotographic device of a contact electrostatic charging system which executes electrostatic charge by bringing an electrostatic charging member into contact with the surface of the photoreceptor.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 15.06.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3277706

[Date of registration] 15.02.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

Best Available Copy

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-30008

(43)公開日 平成8年(1996)2月2日

(51)Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 3 G 5/147	5 0 2			
	5 0 3			
	5 0 4			
15/02	1 0 2			
15/16				

審査請求 未請求 請求項の数4 F D (全 8 頁)

(21)出願番号 特願平6-182993

(22)出願日 平成6年(1994)7月13日

(71)出願人 000005496

富士ゼロックス株式会社

東京都港区赤坂三丁目3番5号

(72)発明者 木村 高明

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ

ックス株式会社内

(74)代理人 弁理士 渡部 剛

(54)【発明の名称】 電子写真感光体およびそれを用いた電子写真法

(57)【要約】

【目的】 耐磨耗性、体汚染表面潤滑性に優れ、かつ残留電位の低い電子写真感光体およびそれを用いた電子写真法を提供する。

【構成】 導電性基体上に感光層、保護層を順次形成してなる電子写真感光体であって、保護層が、結着樹脂としてアクリルポリオールとポリイソシアネートで反応させたポリウレタン樹脂を含み、該結着樹脂中に金属酸化物粉末とフッ素含有樹脂粉末とを分散したものである。アクリルポリオールとしてヒドロキシエチルメタクリレートを含む共重合体が好ましく使用される。この電子写真感光体は、帯電部材を感光体表面に接触させて帯電を行う接触帯電方式の電子写真装置に残留電位が非組に制御され、好適に使用される。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 導電性基体上に感光層、保護層を順次形成してなる電子写真感光体において、該保護層が、結着樹脂としてアクリルポリオールとポリイソシアネートで反応させたポリウレタン樹脂を含み、該結着樹脂中に金属酸化物粉末とフッ素含有樹脂粉末とを分散したものであることを特徴とする電子写真感光体。

【請求項 2】 該アクリルポリオールがヒドロキシエチルメタクリレートを単量体成分として含有するアクリル共重合体であることを特徴とする請求項 1 記載の電子写真感光体。

【請求項 3】 該金属酸化物が結着樹脂 100 重量部に対して、20～180 重量部の範囲で含有されていることを特徴とする請求項 1 記載の電子写真感光体。

【請求項 4】 感光体を、帯電、露光、現像、転写およびクリーニングすることにより、繰り返し複写画像を得る電子写真法において、感光体として請求項 1 に記載の電子写真感光体を使用し、かつ、感光体を帯電する方法が、帯電部材を感光体表面に接触させて行うものであることを特徴とする電子写真法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、耐摩耗性、耐汚染表面潤滑性に優れ、かつ残留電位の低い電子写真用感光体およびそれを使用する電子写真法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、有機感光体の耐刷性を向上させる方法としては種々の方法が考案されている。その中でも、感光層上に耐摩耗層を積層させ、この層に耐摩耗性能の機能を持たせた電子写真感光体に関して、機能分離により耐刷性の向上がはかれることが、特開昭 60-3638 号公報に記載されている。この公報に記載されている方法によれば、導電性微粉末を結着樹脂中に分散させた層を設けることにより耐久性が顕著に改善できるが、次のような問題点が内在している。すなわち、その一つは、耐摩耗性が極めて良好であるため、本来磨耗と共に除去されていた異物がかえって表面に残留し、感光体を長期間使用していると、帯電時に発生するオゾンと共に導電性イオンと推定される異物が生じ、高湿下で画像にじみが発生するという問題がある。また、他の一つは、抵抗調整用の導電性微粉末を分散させてはいるが、結着樹脂中に特に低湿下において電荷が蓄積され、残留電位が高めになるという問題がある。また、特開平 5-45920 号公報には、ポリテトラフルオロエチレン等のフッ素樹脂微粉末を 7 重量%程度まで混合した保護層を有する電子写真感光体が開示されている。しかしながら、この電子写真感光体は、耐久性においては優れているが、残留電位の上昇が見られるという問題がある。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来の技術

における上記のような問題点に鑑みてなされたものであって、その目的は、高湿下で画像にじみの発生を抑制し、かつ、低湿下においても残留電位の高くならない低磨耗性を有する保護層を設けた電子写真感光体を提供することにある。本発明の他の目的は、上記の電子写真感光体を使用して優れた画質の画像を形成することができる電子写真法を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明の電子写真感光体は、導電性基体上に感光層、保護層を順次形成してなるものであって、その保護層が、結着樹脂としてアクリルポリオールとポリイソシアネートで反応させたポリウレタン樹脂を含み、該結着樹脂中に金属酸化物粉末とフッ素含有樹脂粉末とを分散したものであることを特徴とする。本発明の電子写真法は、感光体を、帯電、露光、現像、転写およびクリーニングすることにより、繰り返し複写画像を得るものであって、感光体として上記した保護層を有する電子写真感光体を使用し、かつ、感光体を帯電する方法が、帯電部材を感光体表面に接触させて行うものであることを特徴とする。

【0005】図 1 は、本発明の電子写真感光体の概略構成図を示すものであって、図中、11 は導電性基体、12 は下引き層、13 は電荷発生層、14 は電荷輸送層、15 は保護層であり、保護層中には、金属酸化物粉末とフッ素原子含有樹脂粉末が分散されている。

【0006】本発明の電子写真感光体における導電性基体としては、電子写真感光体において使用されるものであれば、何なるものでも使用できる。例えば、アルミニウム、ニッケル、クロム、ステンレス鋼等の金属類、およびアルミニウム、チタニウム、ニッケル、クロム、ステンレス鋼、金、バナジウム、酸化錫、酸化インジウム、ITO 等の薄膜を設けたプラスチックフィルム等、或いは導電性付与剤を塗布、または含浸させた紙、およびプラスチックフィルム等があげられる。これらの導電性支持体は、ドラム状、シート状等、適宜の形状のものとして使用されるが、これらに限定されるものではない。更に、必要に応じて導電性支持体の表面は、画質に影響のない範囲で各種の処理を行うことができる。例えば、表面の酸化処理や薬品処理、および着色処理等、または、砂目立て等の乱反射処理を行うことができる。

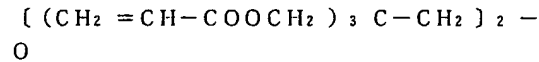
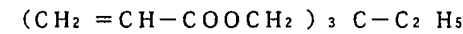
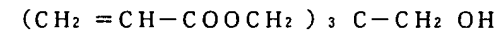
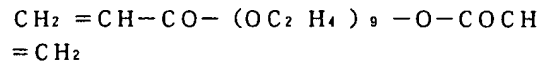
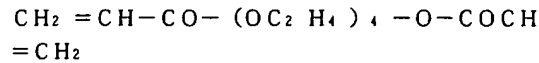
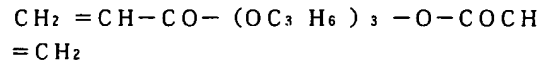
【0007】導電性基体の上には、所望に応じて下引き層が形成されてもよい。下引き層を形成する材料としては、ポリビニルブチラール、ポリビニルピリジン、ポリビニルピロリドン、フェノール樹脂、ポリビニルアルコール、ポリ-N-ビニルイミダゾール、ポリエチレンオキシド、エチルセルロース、メチルセルロース、エチレン-アクリル酸エステル共重合体、ポリアミド、カゼイン、ゼラチン、シランカップリング剤等、下引き層形成材料として公知のものであれば、何なるものでも使用することができる。下引き層の膜厚は、一般に 0.2～

2 μmに設定される。

【0008】下引層の上には感光層が設けられるが、感光層は単層構造でも積層構造でもよい。単層構造の場合としては、色素増感されたZnO感光層、CdS感光層や、電荷発生材料等を電荷輸送材料またはそれを含む結着樹脂中に分散させた感光層等をあげることができる。また、積層構造の場合には、電荷発生層と電荷輸送層とに機能分離されたものがあげられる。導電性基体上における電荷発生層と電荷輸送層の積層順序は、いずれが先であってもよい。電荷発生層は、電荷発生材料を必要に応じて結着樹脂に分散させて形成させる。電荷発生材料としては、例えばセレンおよびセレン合金；CdS、CdSe、CdSSe、ZnOおよびZnS等の無機光導電体；金属または無金属フタロシアニン顔料；ビスアゾ顔料、トリスアゾ顔料等のアゾ顔料；スクエアリウム化合物；アズレニウム化合物；ペリレン系顔料；インジゴ顔料；キナクリドン顔料；多環キノロン顔料；シアニン色素；キサンテン染料；ポリ-N-ビニルカルバゾールとトリニトロフルオレノン等からなる電荷移動錯体；ピリリウム塩染料とポリカーボネート樹脂からなる共晶錯体等があげられる。結着樹脂としては、周知のもの、例えば、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリエステル、ポリビニルブチラール、メタクリル酸エステル重合体または共重合体、酢酸ビニル重合体または共重合体、セルロースエステルまたはエーテル、ポリブタジエン、ポリウレタン、エポキシ樹脂等が用いられる。電荷発生層の膜厚は0.1~0.5 μmの範囲が好ましい。

【0009】電荷輸送層は、電荷輸送材料を主成分として構成される。電荷輸送材料としては、可視光に対して透明であり、かつ、電荷輸送能力を有するものであれば特に制限されるものではなく、具体的には、イミダゾール、ピラゾリン、チアゾール、オキサジアゾール、オキサゾール、ヒドラゾン、ケタジン、アジン、カルバゾール、ポリビニルカルバゾール等およびそれらの誘導体、トリフェニルアミン誘導体、スチルベン誘導体、ベンジン誘導体等があげられる。必要に応じて結着樹脂が併用されるが、結着樹脂としては、例えばポリカーボネート、ポリアクリレート、ポリエステル、ポリスチレン、スチレン-アクリロニトリル共重合体、ポリスルホン、ポリメタクリル酸エステル、スチレン-メタクリル酸エステル共重合体等があげられる。電荷輸送層の膜厚は10~30 μmの範囲が好ましい。

【0010】感光層の上には保護層が設けられる。保護層は、アクリルポリオールとポリイソシアネートで反応させたポリウレタン樹脂を含む結着樹脂中に、金属酸化物粉末とフッ素原子含有樹脂粉末とが分散されて構成されている。本発明において使用するポリウレタン樹脂を形成するアクリルポリオールとしては、例えば

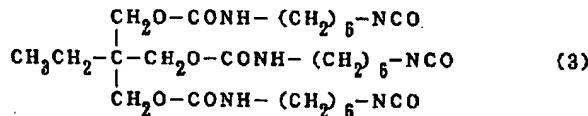
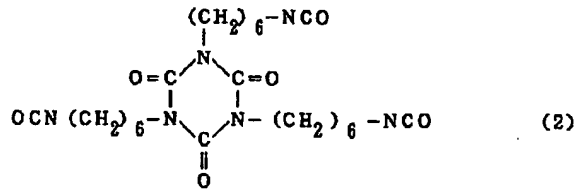
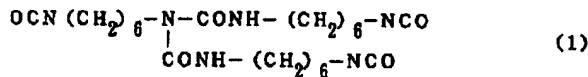


等があげられるが、特にヒドロキシエチルメタクリレートと単量体成分として含有するアクリル共重合体が好ましく使用される。具体的には、スチレン-メチルメタクリレート-ヒドロキシエチルメタクリレート共重合体、ヒドロキシエチルメタクリレートとアクリル酸またはメタクリル酸の置換または未置換アルキルエステルまたはフェニルエステルとの共重合体等があげられる。これら共重合に使用されるアクリル酸エステルおよびメタクリル酸エステルの具体例としては、例えば、メチルアクリレート、メチルメタクリレート、エチルアクリレート、エチルメタクリレート、プロピルアクリレート、プロピルメタクリレート、ブチルアクリレート、ブチルメタクリレート、ペンチルアクリレート、ペンチルメタクリレート、ヘキシルアクリレート、ヘキシルメタクリレート、ヘプチルアクリレート、ヘプチルメタクリレート、オクチルアクリレート、オクチルメタクリレート、フェニルアクリレート、フェニルメタクリレート等があげられる。また、ポリイソシアネートとしては、例えば、キシリレンジイソシアネート(XDI)、トリレンジイソシアネート(TDI)、下記式(1)で示されるビウレットタイプのイソシアネート、下記式(2)で示されるイソシアヌレートタイプのイソシアネート、下記式(3)で示されるアダクトタイプのイソシアネート等があげられる。

【化1】

5

6



【0011】本発明において使用するフッ素含有樹脂粉末としては、ポリテトラフルオロエチレン、ポリクロロトリフルオロエチレン、ポリフッ化ビニリデン、ポリジクロロジフルオロエチレン、テトラフルオロエチレン-パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体、テトラフルオロエチレン-ヘキサフルオロプロピレン共重合体、テトラフルオロエチレン-ヘキサフルオロプロピレン-パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体等の微粉末があげられる。これらフッ素含有樹脂粉末は、粒径0.01~10 μm の範囲のものが好ましく使用される。また、これらフッ素含有樹脂粉末の配合量は、結着樹脂100重量部に対して1ないし80重量部の範囲が好ましい。フッ素含有樹脂粉末の配合量が、結着樹脂100重量部に対して1重量部よりも低くなると、表面潤滑性が悪化し、偏摩耗、クリーニングブレード異音発生(鳴き)等が生じる。また、80重量部よりも高くなると、光感度が低くなる。

【0012】また、金属酸化物粉末としては、酸化錫、酸化アンチモン、酸化亜鉛、酸化チタン、酸化ビスマス、酸化インジウム、それらの混合物および複合酸化物等があげられる。これら金属酸化物粉末は、 $10^6 \sim 1.5 \times 10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ の範囲の導電率を有するものであって、粒径0.01~0.3 μm の範囲のものが好ましく使用される。また、これら金属酸化物粉末の配合量は、結着樹脂100重量部に対して20~180重量部の範囲が好ましい。金属酸化物粉末の配合量が、結着樹脂100重量部に対して20重量部よりも少なくなると、低温低湿条件下において残留電位が上昇し、低濃度画像になり、180重量部よりも多くなると、高温高湿環境下において、白ぬけや像にじみが発生する。

【0013】保護層は、次のようにして形成することができる。まず、上記アクリルポリオールを適当な溶剤に溶解し、金属酸化物粉末およびフッ素含有樹脂粉末を添加して分散させた分散液に、ポリイソシアネートを硬化剤として添加し、得られた塗布液を感光層上に、例えば、スプレー塗布等によって塗布した後、加熱乾燥し

て、アクリルポリオールとポリイソシアネートを反応させればよく、それによって、ポリウレタン樹脂中にフッ素含有樹脂粉末と金属酸化物粉末が分散した保護層が形成される。保護層の膜厚は、0.1~10 μm の範囲が好ましい。膜厚が0.1 μm よりも薄い場合には、耐傷耐摩耗層としての機能に乏しくなり、また膜面も荒れる。また、10 μm よりも厚くなると、塗膜にだれが発生し、均一に塗布することができなくなる。上記の保護層は、低摩擦性であって耐摩耗性に優れたものであり、この保護層を設けた本発明の電子写真感光体は、高湿下で画像にじみの発生を抑制し、かつ、低湿下においても残留電位が上昇しないものとなる。

【0014】本発明の電子写真感光体は、帯電ロール等の帯電部材を感光層に接触して帯電を行う静電複写システムに使用するのに適している。次に、本発明の電子写真法について説明する。図2は本発明の電子写真法に使用する電子写真複写装置の一例の概略構成図である。電子写真感光体1の周囲に、接触帯電器2、露光装置3、現像器4、転写装置5、クリーニング装置6および除電器7が配設されている。除電器7は設けなくても構わない。電子写真感光体1は、矢印方向に回転して、接触帯電器2により一様に帯電された後、露光装置3によって像露光され、形成された静電潜像は、次いで現像器4でトナーによって顕像化される。次いで、コロナ帯電器等の転写装置5により転写紙8に転写され、定着装置9によってトナー像が定着される。電子写真感光体1の表面に残留するトナーは、ブレードクリーナー等を備えたクリーニング装置6によってクリーニングされ、除電器7により除電される。除電された後の電子写真感光体は、再び次のサイクルにおいて接触帯電器2によって一様帯電され、上記したように画像形成が行われる。本発明において、接触帯電は、感光体に当接する筒状帯電部材、いわゆる帯電ロールを用いて行うのが、残留電位上昇の抑制効果が高いので好ましい。帯電ロールとしては、表面に導電性微粒子を分散させた弾性ゴム材料によって形成された表面層を有するものが好ましく使用される。

【0015】

【実施例】以下、実施例によって本発明を更に詳細に説明する。なお「部」は全て「重量部」を意味する。

実施例 1

X型無金属フタロシアニン 20 重量部をボールミルに入れ、60rpmで60分間乾式粉碎を行った。次いで、10部のポリビニルブチラル樹脂（エスレック BM-1、積水化学社製）を、予め600部のシクロヘキサノンに溶解した溶液に、上記のように粉碎して得たX型無金属フタロシアニンをボールミル中で24時間分散処理した。一方、8-ナイロン樹脂（ラッカマイド 5003、大日本インキ化学工業社製）のメタノール／n-ブタノール混合溶液を、30mmφ×252mmのアルミニウムパイプ上に塗布して、1.0μmの膜厚の下引き層を形成した。次いで、上記のようにして得られた分散液を、リング塗布器により塗布し、120℃で10分間加熱乾燥を行い、膜厚0.3μmの電荷発生層を形成した。形成された電荷発生層の上に、電荷輸送層を形成した。すなわち、N,N'-ジフェニル-N,N'-ビス（3-メチルフェニル）- [1,1'-ビフェニル]-4,4'-ジアミン 4部を電荷輸送材料とし、ポリカーボネート Z樹脂 6部と共にモノクロロベンゼン 40部に溶解させ、得られた溶液を浸漬塗布法によって塗布し、次いで110℃で1時間乾燥して、膜厚20μmの電荷輸送層を形成した。

【0016】次に、組成比約4:7:2（重量比）であるスチレン-メチルメタアクリレート-ヒドロキシエチルメタアクリレート共重合体よりなる加熱残分約38%のアクリルポリオール（GR4026C、関西ペイント社製）170重量部に酸化錫微粉末（S-1、三菱マテリアル社製）（粒径1.3μm以下約90%、0.15μm以下約30%、0.15~0.25μm約30%の粒度分布を有する）100重量部を加え、キシレンを主剤としたシンナー（レタンシンナー、関西ペイント社製）90重量部、10mm直径のステンレス鋼製球形メディア4000重量部を直径約160mm、高さ170mmのステンレス鋼製ボールミルポットに入れ、60rpmにて24時間分散処理を行って混合した。その後、フィルターを通して、この酸化錫微粉末を分散した結着樹脂を取り出し、前記したシンナーを更に400重量部追加し混合した。更にこれに24重量部のヘキサメチレンジイソシアネートを硬化剤として加えた。酸化錫微粉末の配合割合は、結着樹脂100重量部に対し、155重量部であった。得られた混合物に、潤滑剤となる粒径約5μmのポリテトラフルオロエチレン（PTFE）微粉末をイソプロピルアルコールに分散した30重量%濃度の分散液（VYDAX IPA、デュボン社製）170重量部を添加して、保護層形成用の塗布液を得た。VYDAX IPAはイソプロピルアルコールにPTFE微粉末を30%の固形分含量としているため、結着樹脂

100重量部に対するPTFE微粉末の割合は、ほぼ79重量部であった。得られた塗布液を、前記のごとく形成した電荷輸送層の上にスプレー塗布し、膜厚約3μmの保護層を形成した。スプレー塗布には、岩田自動スプレーガンSA-88（岩田塗装機工業社製）を使用し、空気圧力3kg/cm²、塗布液噴出量約110cc/分、パターン開度約130mmの条件で、約50cmの距離を離して、アルミニウムパイプを70rpmで回転させながら電荷輸送層の表面にスプレー塗布を行った。その後、この形成された塗布層を120℃で4時間の硬化、乾燥を行い、目的の低摩耗性の保護層を有する電子写真感光体を得た。

【0017】この電子写真感光体を、接触帯電ローラ方式を採用するプリンター（PC-PR1000/4R、日本電気社製）（Laser Write Select 61C、マッキントッシュ社製）に装着し、低温低湿下において、連続して約10000枚の複写操作を行ったが、この間画質に関わる問題の発生はなかった。この時の感光体の残留電位を測定したところ、約-80Vであり、使用上では全く問題のないレベルであった。10000枚複写物を採取に至るまで、3回感光体表面を観察したが、表面は極めて清浄な状態であった。なお、この電子写真感光体について、明減衰性能を測定したところ、約-360Vに帯電した感光体に波長780nmの光を10mJ/m²の露光をした場合には、電位が約-60Vに減衰した。図3に明減衰特性を示す。引き続き高温高湿において、約10000枚の複写物を採取したが、この間、像にじみ等の問題の発生もなく、また感光体表面も極めて清浄であった。

【0018】比較例 1

実施例1と同様にして下引き層、電荷発生層および電荷輸送層を形成した。次に、実施例1と同様のスチレン-メチルメタアクリレート-ヒドロキシエチルメタアクリレートからなるアクリルポリオールに酸化錫微粉末（S-1）58重量部のみを実施例1と同様に添加し、ボールミルにて分散し、塗布液を得た。これを実施例で使用したスプレー塗布装置により、約4μmの膜厚に塗布、硬化、乾燥して、耐摩耗性の保護層を形成した。得られた電子写真感光体をプリンター（PC-PR1000/4R、日本電気社製）に装着し、低温低湿下、2500枚連続複写操作を行ったところ、2400枚位から像濃度の若干の低下が認められ、この時、現像位置での感光体電位を測定したところ、約-220Vに達していた。したがって、像濃度の低下は、残留電位の上昇によるものと考えられる。なお、この電子写真感光体について、明減衰特性を調査したところ、約-360Vに帯電した感光体に波長780nmの光を10mJ/m²の露光をした場合には、電位が約-80Vに減衰した。図3に明減衰特性を示す。

【0019】実施例 2

実施例1と同様にして下引き層、電荷発生層および電荷輸送層を形成した。次に、実施例1と同様のアクリルポリオール230重量部に酸化アンチモン・酸化錫混合微粉末(T-1、三菱マテリアル社製)60重量部を加え、直径約160mm、高さ170mmのステンレス鋼製ボールミルポットに、キシレンを主剤とするシンナー(レタンシンナー、関西ペイント社製)40重量部および直径10mmのガラス製メディア1100重量部を入れ、20時間にわたり、60rpmで混合し、分散させた。実施例1と同様に処理し、更にレタンシンナー360重量部を追加し、ヘキサメチレンジイソシアネート35重量部を硬化剤として加えた。これに実施例1と同様にPTFE微粉末(VYDAX IPA)380重量部を加え、低磨耗性の保護層形成用塗布液を得た。保護層全体に占めるPTFE微粉末の重量比は約36%となった。この塗布液を、実施例1と同じ装置により、約4μmの膜厚にスプレー塗布した。その後140℃で5時間の乾燥を行って、目的の電子写真感光体を得た。この電子写真感光体を、プリンター(PC-PR1000/4R、日本電気社製)に装着し、低温低湿、高温高湿の環境下、一日毎交互に繰り返し複写操作を行った。この間低温低湿にて約10000枚の複写物を採取した時点で残留電位を測定したところ、約-90Vであった。約15000枚採取した時点で、感光体表面を観察したが、表面状態は極めて良好であり、付着、部分的磨耗、汚れ等は全く観察されなかった。また、クリーニング用ブレードの当接部分と非当接部分の境界も分からなかった。更に継続して追加の複写操作を行い、35000枚の複写物を得たが、その間、画質に関するトラブルは全く認められなかった。その際の保護層の磨耗量は0.3μmであった。なお、この電子写真感光体について、明減衰特性を調査したところ、約-360Vに帯電した感光体に波長780nmの光を10mJ/m²の露光をした場合には、電位が約-85Vに減衰した。

【0020】比較例2

実施例2で示した方法で、PTFE微粉末を混合しない以外は、全く同様にして塗布液を作製し、同様にしてスプレーにより約3μmの耐磨耗性の保護層を形成した。硬化、乾燥した後、得られた電子写真感光体をプリンター(PC-PR1000/4R、日本電気社製)に装着し、高温高湿環境下、連続して複写操作を行った。約9000枚複写したところで画像のにじみを認めた。このため、表面をイソプロピルアルコールで洗浄したところ、画像のにじみは回復した。したがって、画像のにじみの発生は、表面への付着物によるトラブルと考えられる。連続1万枚複写後の磨耗量は0.8μmであった。なお、この電子写真感光体について、明減衰特性を調査したところ、約-360Vに帯電した感光体に波長780nmの光を10mJ/m²の露光をした場合には、電位が約-145Vに減衰した。

【0021】実施例3

実施例1と同様にして下引き層、電荷発生層および電荷輸送層を形成した。次に、実施例1における同様のアクリルポリオールを用い、同様にして酸化錫導電粉を分散した保護層形成用の塗布液(ヘキサメチレンジイソシアネートは投入済み)を準備した。この塗布液に、結着樹脂100重量部に対し50重量部となる量のポリテトラフルオロエチレン微粉末(ルブロンL-5、ダイキン社製)を添加し、ボールミルにて、約4時間の分散を行った後、実施例1で示した有機光導電体に膜厚約4μmでスプレー塗布し、135℃にて約5時間の硬化、乾燥を行った。この様にして、得られた感光体について、電気特性評価試験器によって、明減衰特性を調べたところ、-360V帯電で10mJ/m²の露光を行った場合には-100Vに減衰した。(図4参照)

比較例3

実施例3において、PTFE微粉末を添加しない以外は全く同様にして電子写真感光体を作製した。このものについて実施例3と同様にして明減衰特性を調べたところ、-360V帯電で10mJ/m²の露光を行った場合には-125Vに減衰した。(図4参照)

【0022】実施例4

実施例1において、保護層におけるPTFE微粉末の量を結着樹脂100重量部に対し30重量部に固定し、酸化錫微粉末の量を結着樹脂100重量部に対し、10、100、155および200重量部に変化させた以外は、同様にして電子写真感光体を作製した。なお、保護層の膜厚は、3.5ないし4μmに設定した。得られた電子写真感光体について、実施例1と同様にプリンター(PC-PR1000/4R、日本電気社製)に装着して複写操作を行った。また、常温常湿において、-360V帯電で10mJ/m²の露光を行った場合の明減衰特性も調査した。その結果、酸化錫微粉末の量が10重量部の場合は、低温低湿において、残留電位レベルが高めであり、低温低湿下で連続複写操作を行った場合、約5000枚で低濃度の画像が得られるようになった。また、酸化錫微粉末の量が200重量部の場合は、高温高湿下で、1日当たり約2500枚の連続複写を4日間行ったところ、約1万枚目の複写において、密度の高い線画像に、白抜けの状態が発生し、その他文字については、輪郭が不明瞭となり、いわゆる像のにじみが発生する状態になった。同様なテストを酸化錫微粉末の量が100、155重量部のものについても実施したが、これらの場合については何等问题は発生しなかった。以上の結果を表1にまとめて示す。

【0023】実施例5

実施例1において、保護層における酸化錫微粉末の量を155重量部に固定し、PTFE微粉末の量を1、5、80および90重量部に変化させた以外は、同様にして電子写真感光体を作製した。なお、保護層の膜厚は、

3. 5ないし4 μm に設定した。得られた電子写真感光体について、実施例1と同様にして複写操作を行った。また、常温常湿において、-360V帯電で10mJ/ m^2 の露光を行った場合の明減衰特性も調査した。その結果、PTFE微粉末の量が1、5および80重量部の場合については、実用上何等問題が生じなかったが、PTFE微粉末の量が90重量部の場合については、感光体が低感度を示し、残留電位も-250V程度であり、使用が困難であった。以上の結果を表1にまとめる。

【0024】実施例6

保護層の膜厚を0.1 μm 、1 μm 、10 μm 、11 μm

mに設定する以外は、実施例1とまったく同様にして電子写真感光体を作製した。その結果、保護層の膜厚が10 μm までのものについては、塗膜形成が良好に行われた。しかしながら、膜厚が11 μm になるように塗工した場合には、塗膜のダレが発生し、均一な塗布ができなかった。得られた電子写真感光体について、常温常湿において、-360V帯電で10mJ/ m^2 の露光を行った場合の明減衰特性も調査した。その結果を表1に示す。

10 【0025】

【表1】

	結着樹脂	PTFE 微粉末	酸化錫 微粉末	-360V帯電 10mJ/ m^2 露光時 (常温常湿)	膜厚	プリント 画質結果
実施例4	100重量部	30重量部 (VYDAX-AR)	10重量部	-180V	3.5 μm	低温低湿5枚連続で 像濃度低下この時 220V 10mJ/ m^2
	100重量部	30重量部 (VYDAX-AR)	100重量部	-90V	3.5 μm	問題なし
	100重量部	30重量部 (VYDAX-AR)	155重量部	-70V	4.0 μm	問題なし
	100重量部	30重量部 (VYDAX-AR)	200重量部	-60V	3.5 μm	高温高湿1万枚 で像にじみ
実施例5	100重量部	1重量部 (VYDAX-AR)	155重量部	-75V	3.5 μm	問題なし
	100重量部	5重量部 (VYDAX-AR)	155重量部	-60V	3.5 μm	問題なし
	100重量部	80重量部 (VYDAX-AR)	155重量部	-70V	4.0 μm	問題なし
	100重量部	90重量部 (VYDAX-AR)	155重量部	-250V	4.0 μm	感度低下
実施例6	100重量部	30重量部 (VYDAX-AR)	155重量部	-35V	0.1 μm	問題なし
	100重量部	30重量部 (VYDAX-AR)	155重量部	-45V	1.0 μm	問題なし
	100重量部	30重量部 (VYDAX-AR)	155重量部	-140V	10.0 μm	RP高め
	100重量部	30重量部 (VYDAX-AR)	155重量部	-	11.0 μm	塗布不能

【0026】比較例4

実施例1での30mm ϕ ×252mmのアルミニウムパイプの替わりに、30mm ϕ ×340mmのアルミニウムパイプを使用した以外は、全て実施例1と同様にして電子写真感光体を作製した。この電子写真感光体を、帯電コロトロン方式のプリンター（LP-8000、エプ

ソン社製）に装着し、低温低湿下にて連続して約10000枚の複写を行ったところ、約9300枚近辺で、像濃度に若干の低下が認められた。残留電位を測定したところ、約-180Vとなっていた。

【0027】

【発明の効果】本発明の電子写真感光体は、表面の保護

層において、結着樹脂中に導電性の金属酸化物微粉末と共にポリテトラフルオロエチレン微粉末を分散させることにより、残留電位上昇が抑制され、高温高湿下での異物付着の汚れが防止され、また、耐磨耗性能も向上する。更にこの電子写真感光体は、帯電ロールを使用する電子写真方式を採用する静電複写システムにおいて、その性能をより効果的に発揮させることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の電子写真感光体の一例の模式的断面図である。

【図2】 本発明の電子写真法に用いる電子写真装置の

概略構成図である。

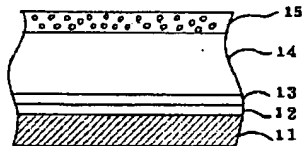
【図3】 実施例1および比較例1での電子写真感光体の明減衰特性を示すグラフである。

【図4】 実施例3および比較例3での電子写真感光体の明減衰特性を示すグラフである。

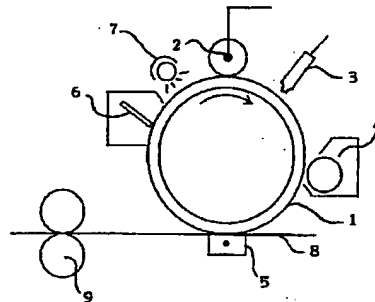
【符号の説明】

- 1…電子写真感光体、2…接触帯電器、3…露光装置、4…現像器、5…転写装置、6…クリーニング装置、7…除電器、8…転写紙、9…定着装置、11…導電性基体、12…下引き層、13…電荷発生層、14…電荷輸送層、15…保護層。

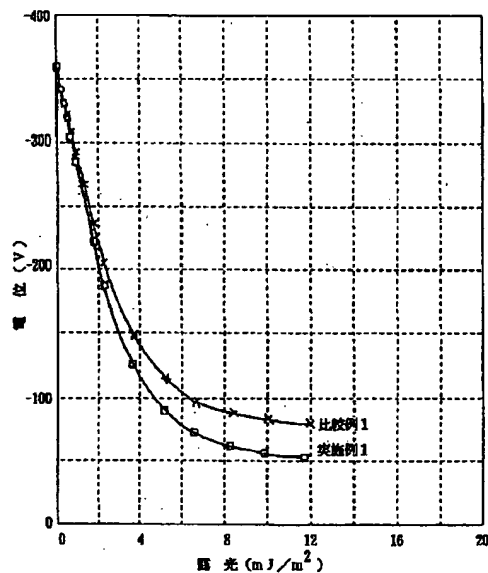
【図1】



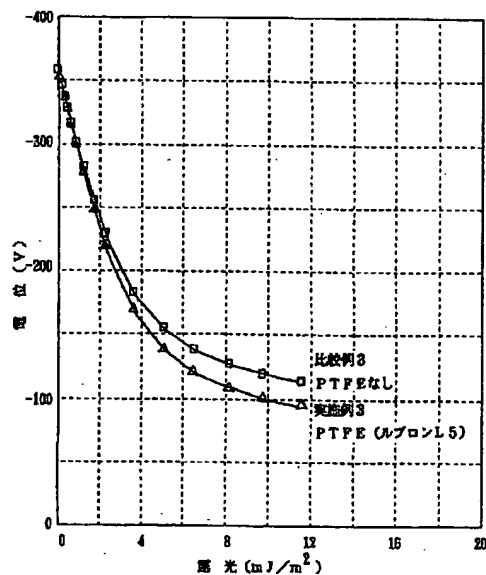
【図2】



【図3】



【図4】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.